US

PCT

国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条) [PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 SF-745	今後の手続きについては、	国際調査報告 及び下記5を	告の送付通知様式(PCT/ISA/220)を参照すること。
国際出願番号 PCT/JP01/04617	国際出願日 (日.月.年) 31.05.	0 1	優先日 (日.月.年) 07.06.00
出願人 (氏名又は名称) 株式会社トクヤマ			
国際調査機関が作成したこの国際調 この写しは国際事務局にも送付され	査報告を法施行規則第41条 る。	(PCT18	条) の規定に従い出願人に送付する。
この国際調査報告は、全部で 2			
□ この調査報告に引用された先行	技術文献の写しも添付され 	ている。	
1. 国際調査報告の基礎 a. 言語は、下記に示す場合を除 この国際調査機関に提出さ	された国際田願の翻訳メにき	3.75回於例で	EC 11 2/C8
□ この国際出願に含まれる	皆面による配列表		配列表に基づき国際調査を行った。
この国際出願と共に提出	されたフレキシブルディスク	クによる配列表	表
出願後に、この国際調査を	幾関に提出された書面による	る配列表	•
□ 出願後に、この国際調査	幾関に提出されたフレキシ:	ブルディスクし	による配列表
	•		開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述
□ 書面による配列表に記載 書の提出があった。	した配列とフレキシブルデ	ィスクによる	配列表に記録した配列が同一である旨の陳述
2. 請求の範囲の一部の調査	£ができない(第 I 欄参照)	a	
3. 登明の単一性が欠如して	こいる(第Ⅱ欄参照)。		
4. 発明の名称は 🗓 🗓	出願人が提出したものを承記	忍する。	
	大に示すように国際調査機関	剝が作成した。	•
	出願人が提出したものを承		· 10 de le h h
	第Ⅲ欄に示されているよう 国際調査機関が作成した。 の国際調査機関に意見を提	出願人は、この	則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により の国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこ できる。
6. 要約書とともに公表される図 第 <u>1</u> 図とする。区	は、 出願人が示したとおりであ	る。	□ なし
1	出願人は図を示さなかった		
	本図は発明の特徴を一層よ		

国際調查報告

·国際出願番号 PCT/JP01/04617

			Į.		
A'. 発明の属 Int.Cl' CO	する分野の分類(国際特許分類(IPC)) 4B35/581,H05K3/40		,		
Int. Cl' C 0 H 0	った分野 小限資料(国際特許分類(IPC)) 4B35/581~35/582, 35/64 5K3/40, 3/46 1L23/12				
日本国実用新 日本国公開実 日本国登録実 日本国実用新	Fの資料で調査を行った分野に含まれるもの 案公報 1926-1996年 用新案公報 1971-2001年 用新案公報 1994-2001年 案登録公報 1996-2001年				
国際調査で使用	用した電子データベース(データベースの名称、調	査に使用した用語) 			
100	- 1 = 2 は た た 7 女林		1 88°+ 1 7		
C. 関連する 引用文献の	ると認められる文献 引用文献名 及び一部の箇所が関連するとき	は、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号		
カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するとき JP, 10-107437, A(京セラ株式会社) 24. 4人	目 1998(24.04.98),	1 - 8		
Y	JP, 10-107437, A(泉セラ休式云紅)24. 3 請求項1,【0019】 (ファミリーなし)	71. 1555 (2.1.1.)	_		
Y	JP, 8-88453, A(株式会社東芝)2.4月.199 【0018】~【0026】(ファミリーなし))	1-8		
A	JP, 11-31881, A(株式会社住友金属エレ (02.02.99), 【図3】,【図5】 (ファ		$\begin{vmatrix} 1-8 \\ 1-8 \end{vmatrix}$		
A	「(02.02.99), 【図37, 120 JP, 8-88451, A(株式会社東芝)2.4月.19 【0004】 (ファミリーなし)	96 (02. 04. 96),	1 - 0		
C欄の網	 きにも文献が列挙されている。	□ パテントファミリーに関する	別紙を参照。		
「A」特に関	大のカテゴリー 関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す	の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公認 出願と矛盾するものではなく、 の理解のために引用するもの	受された文献であって 発明の原理又は理論		
「E」国際は	出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 こ公表されたもの 権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行	「X」特に関連のある文献であって、	ちえ りれしむ ひひ		
日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 上の文献との、当業者にとって自明である組合を 文献(理由を付す) よって進歩性がないと考えられるもの					
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出版 国際調査報告の発送日					
国際調査を	完了した日 18.06.01				
国際調査機	関の名称及びあて先 本国特許庁(ISA/JP)	特許庁審査官(権限のある職員) 三崎 仁	4T 8928		
1	郵便番号100-8915 京都千代田区霞が関三丁目4番3号	電話番号 03-3581-110	1 内線 3416		

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関 国際事務局



(43) 国際公開日 2001年12月13日(13.12.2001)

PCT

(10) 国際公開番号

(YAMAMOTO, Reo) [JP/JP]. 神山美英 (KAMIYAMA,

Yoshihide) [JP/JP]; 〒745-0053 山口県徳山市御影町1

東京都品川区西五反田七丁目13番6号 五反田山崎ビ

番1号 株式会社 トクヤマ内 Yamaguchi (JP).

ル6階 鈴木国際特許事務所 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 鈴木俊一郎(SUZUKI, Shunichiro); 〒141-0031

(51) 国際特許分類:

WO 01/94273 A1

C04B 35/581, H05K 3/40

(72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 山本玲緒

(21) 国際出願番号:

PCT/JP01/04617

(22) 国際出願日:

2001年5月31日(31.05.2001)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

JP

(81) 指定国 (国内): CA, GB, JP, US.

(30) 優先権データ:

特願2000-170961

2000年6月7日(07.06.2000)

添付公開書類:

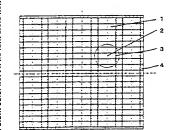
国際調査報告書

(71) 出願人 /米国を除く全ての指定国について): 株式会社 トクヤマ (TOKUYAMA CORPORATION) [JP/JP]; 〒 745-0053 山口県徳山市御影町1番1号 Yamaguchi (JP).

2文字コード及び他の略語については、 定期発行される 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語 のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING ALUMINUM NITRIDE SINTERED BODY IN WHICH VIA HOLE IS MADE

(54) 発明の名称: ピアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法



(57) Abstract: An aluminum nitride sintered body free from crack, having a via hole and a good appearance, and prepared by sintering an aluminum nitride formed body having a through hole for making a via hole with high insolubility and sufficiently densifying the sintered body. One or more through holes for making dummy via holes not used for electrical connection are made around a through hole for making a via hole with high isolability. A conductive paste is placed also in the through holes for making dummy via holes. The aluminum nitride formed body is sintered.

(57) 要約:

孤立性の高いビアホール形成用貫通孔を有する窒化アルミニウム成形体を焼 成して、充分に緻密化したビアホールを有し、亀裂等を有さず外観が良好な窒 化アルミニウム焼結体を提供する。

孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に、電気的接続に利用しないダ ミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成させ、該ダミービアホール形成用 貫通孔にも導電ペーストを充填した後、窒化アルミニウム成形体を焼成する。

WO 01/94273 A1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/04617

A. CLAS	A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁷ C04B35/581, H05K3/40							
According t	o International Patent Classification (IPC) or to both r	national classification and IPC						
B. FIELD	S SEARCHED							
Minimum d Int	ocumentation searched (classification system follower . Cl ⁷ C04B35/581~35/582, 35/64,	d by classification symbols) H05K3/40, 3/46, H01L23/	12					
Jits Koka	tion searched other than minimum documentation to the suyo Shinan Koho 1926-1996 at Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001	Toroku Jitsuyo Shinan K Jitsuyo Shinan Toroku K	Coho 1994-2001 Coho 1996-2001					
Electronic d	ata base consulted during the international search (nar	ne of data base and, where practicable, sea	rch terms used)					
	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT							
Category*	Citation of document, with indication, where a		Relevant to claim No.					
Ÿ.	JP, 10-107437, A (Kyocera Corp 24 April, 1998 (24.04.98), Claim 1; Par. No. [0019] (Far		1-8					
Ϋ́	JP, 8-88453, A (Toshiba Corporation), 02 April, 1996 (02.04.96), Par. Nos. [0018] to [0026] (Family: none)							
A	JP, 11-31881, A (Sumitomo Metal Inc.), 02 February, 1999 (02.02.99), Figs. 3, 5 (Family: none)	(SMI) Electronics Devices	1-8					
A	JP, 8-88451, A (Toshiba Corpor 02 April, 1996 (02.04.96), Par. No. [0004] (Family: none		1-8					
	r documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.						
"A" docume	categories of cited documents: ent defining the general state of the art which is not red to be of particular relevance	"T" later document published after the inter priority date and not in conflict with the	application but cited to					
	document but published on or after the international filing	"X" understand the principle or theory unde document of particular relevance; the considered novel or cannot be considered.	laimed invention cannot be					
cited to	"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be							
special reason (as specified) considered to involve an inventive step when the document is document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other combined with one or more other such documents, such								
means "P" document published prior to the international filing date but later "&" document member of the same patent family than the priority date claimed								
	Date of the actual completion of the international search 18 June, 2001 (18.06.01) Date of mailing of the international search report 26 June, 2001 (26.06.01)							
	ailing address of the ISA/ nese Patent Office	Authorized officer						
Facsimile No								

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関 国際事務局



(43) 国際公開日 2001年12月13日(13.12.2001)

(10) 国際公開番号 WO 01/94273 A1

Yoshihide) [JP/JP]: 〒745-0053 山口県徳山市御影町1

東京都品川区西五反田七丁目13番6号 五反田山崎ビ

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 山本玲緒 (YAMAMOTO, Reo) [JP/JP]. 神山美英 (KAMIYAMA,

(74) 代理人: 鈴木俊一郎(SUZUKI, Shunichiro); 〒141-0031

番1号 株式会社 トクヤマ内 Yamaguchi (JP).

ル6階 鈴木国際特許事務所 Tokyo (JP).

(51) 国際特許分類7:

C04B 35/581, H05K 3/40

(72) 発明者; および

(21) 国際出願番号:

PCT/JP01/04617

(22) 国際出願日:

2001年5月31日(31.05.2001)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

特願2000-170961

日本語

(81) 指定国 (国内): CA, GB, JP, US.

国際調査報告書

(30) 優先権データ:

添付公開書類: 2000年6月7日(07.06.2000) JP

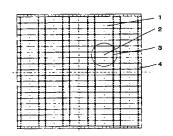
(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 株式会社 トクヤマ (TOKUYAMA CORPORATION) [JP/JP]; 〒

2文字コード及び他の略語については、定期発行される 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語 のガイダンスノート」を参照。

745-0053 山口県徳山市御影町1番1号 Yamaguchi (JP).

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING ALUMINUM NITRIDE SINTERED BODY IN WHICH VIA HOLE IS MADE

(54) 発明の名称: ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法



(57) Abstract: An aluminum nitride sintered body free from crack, having a via hole and a good appearance, and prepared by sintering an aluminum nitride formed body having a through hole for making a via hole with high insolubility and sufficiently densifying the sintered body. One or more through holes for making dummy via holes not used for electrical connection are made around a through hole for making a via hole with high isolability. A conductive paste is placed also in the through holes for making dummy via holes. The aluminum nitride formed body is sintered.

(57) 要約:

孤立性の高いビアホール形成用貫通孔を有する窒化アルミニウム成形体を焼 成して、充分に緻密化したビアホールを有し、亀裂等を有さず外観が良好な窒 化アルミニウム焼結体を提供する。

孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に、電気的接続に利用しないダ ミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成させ、該ダミービアホール形成用 貫通孔にも導電ペーストを充填した後、窒化アルミニウム成形体を焼成する。

WO 01/94273 A

1

明細書

ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法

技術分野

本発明は、ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法に関する。特に、孤立性の高いビアホールを有し、かつ該孤立性の高いビアホールが十分に緻密化し亀裂を有さない窒化アルミニウム焼結体の製造方法に関する。

背景技術

窒化アルミニウム焼結体は、高い熱伝導率を有し、電気絶縁性が良く、集積 回路を形成するシリコン(Si)とほぼ同じ熱膨張率を有する等の優れた性質 を持つため、半導体回路部品の基板等として汎用されている。

こうしたなか、焼結体の貫通孔に導電層が充填されてなる、いわゆるビアホールを含む窒化アルミニウム焼結体は、該ビアホールを中継して半導体外部回路間の電気的接続をとることができるため、極めて有用に使用されている。ここで、窒化アルミニウム焼結体に形成されるビアホールは、目的とする半導体搭載用基板の設計仕様に合せて、その配置や数、孔径などが種々決められる。

室化アルミニウム焼結体に、ビアホールを形成する有利な方法のひとつとして同時焼成法がある。同時焼成法は、窒化アルミニウム成形体に形成されたビアホール形成用貫通孔に導電ペーストを充填した後、該成形体を焼成することにより、ビアホールの焼成と基板の焼結とを一回の焼成で同時に行う方法である。この方法は、少ない工程で効率的に、ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体を製造することができるため、有用な方法である。

しかしながら、同時焼成法は、ビアホール形成用貫通孔の孤立性が高い場合 (すなわちひとつのビアホール形成用貫通孔の周囲に、他のビアホール形成用 貫通孔が密に存在しない場合)には、該孤立性の高いビアホール形成用貫通孔 の周囲において、導電層部分と窒化アルミニウム焼結体部分との収縮率の差の 影響を大きく受けて焼結のバランスが悪くなり、窒化アルミニウム焼結体内部 にクラックが発生したり、ビアホールの緻密化不足、またそれにより内部の導 電層に亀裂が発生し、外観不良が生じていた。

そして、このようにして発生した亀裂には、焼結体表面への導体金属薄膜等の薄膜形成工程において、ガスまたは液体、不純物などがトラップされ、その膨張による膜の膨れや、焼結体表面に汚れが付着することによる膜の密着強度の低下を引き起こしていた。さらに、このように孤立性の高いビアホールにおいて、緻密化不足が起こると、該ビアホールの位置精度の低下を招くことがある。

従って、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔を有する窒化アルミニウム成 形体を焼成しても、上記問題の生じ難い方法を開発することが望まれていた。

発明の開示

本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意研究を重ねてきた。その結果、窒化アルミニウム成形体に、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔とともに、電気的接続に利用しないダミーのビアホール形成用貫通孔を形成させることにより、上記の課題が解決できることを見出し、本発明を完成させるに至った。

より具体的には、本発明は、ビアホール形成用貫通孔と電気的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔とを有する窒化アルミニウム成形体を、該ビアホール形成用貫通孔およびダミービアホール形成用貫通孔に導電ペースト

を充填した後焼成して、ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体を製造する方法であって、

導電ペースト充填後のビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率(Xv、%)と、 室化アルミニウム成形体の焼成収縮率(Xs、%)との差(Xv-Xs)が-1.0~9.5%となるように、窒化アルミニウム成形体に、該ビアホール形 成用貫通孔およびダミービアホール形成用貫通孔を設けることを特徴としてい る。

また、本発明は、上記室化アルミニウム焼結体を製造する方法において、 該ビアホール形成用貫通孔の少なくとも一個が、その周囲に他のビアホール形 成用貫通孔が密に存在しない孤立性の高いものであり、該孤立性の高いビアホ ール形成用貫通孔の周囲に、ダミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成す ることも特徴としている。

図面の簡単な説明

図1は、本発明における、窒化アルミニウム成形体に対して、ビアホール形成用貫通孔とダミービアホール形成用貫通孔とを形成した状態を示す平面図である。点線円は、ビアホール形成用貫通孔の中心から半径5.0mmの周囲を示している。

図2は、従来における、窒化アルミニウム成形体に対して、ビアホール形成 用貫通孔を形成した状態を示す平面図である。

- 1;窒化アルミニウム成形体
- 2;ビアホール形成用貫通孔
- 3;ダミービアホール形成用貫通孔
- 4:廃棄域

発明を実施するための最良の形態

本発明において、窒化アルミニウム成形体は、窒化アルミニウム粉末、焼結 助剤、および有機結合剤等の有機物成分からなる組成物を成形したものである。 形態は、特に制限されるものではないが、通常は、シート状であるのが好まし い。

室化アルミニウム成形体には、ビアホール形成用貫通孔が1つ以上形成されている。そして、その内の少なくとも一個は、周囲に他のビアホール形成用貫通孔が密に存在しない孤立性の高い状態で設けられている。前記したとおり、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔を有する窒化アルミニウム成形体を焼成する場合、導電層部分と窒化アルミニウム焼結体部分との収縮率の差の影響を強く受け、焼結のバランスが悪くなり、ビアホールの緻密化不足、またそれによる亀裂発生などの外観不良が生じ易い。従って、こうした窒化アルミニウム成形体を対象とすることにより、本発明の効果は良好に達成される。

本発明では、導電ペースト充填後のビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率(X v、%)と、窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率(X s、%)との差(X v - X s)が-1.0~9.5%、好ましくは1.0~5.5%、さらに好ましくは1.7~4.5%となるように、窒化アルミニウム成形体に、ビアホール形成用貫通孔と、電気的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔を形成することで上記問題を解消している。

貫通孔に充填される導電ペーストは、後述するように高融点金属を含有している。このような高融点金属が窒化アルミニウム成形体中に埋め込まれた場合、その含量の増減により、窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率(Xs)は、ほとんど変動しないのに対し、ビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率(Xv)は、

埋め込まれる高融点金属含量が多くなると、Xsに比べて同程度あるいは大きくなり、反対に埋め込まれる金属含量が少なくなると、Xsに比べて小さくなる。XsとXvは必ずしも一致する必要はなく、ある程度の範囲内に入りバランスが取れていれば、問題ない。しかし、この焼成収縮率の差(Xv-Xs)が-1.0%未満の場合は、ビアホールの緻密化不足、またそれにより内部の導電層に亀裂が発生し、外観不良が生じる。9.5%を超える場合は、窒化アルミニウム焼結体部分にクラックが発生する。

したがって、本発明では、導電層部分と窒化アルミニウム焼結体部分との収縮率の差の影響を解消するために、ビアホール形成用貫通孔だけではなく、電気的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔を設けて、(X v) と(X s) を適宜に調整している。

なお、導電ペースト充填後のビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率(X v、%)は、下記式により定義される。

$$Xv$$
 (%) = $(1-Ra/Rb) \times 100$

Raは、窒化アルミニウム焼結体を鏡面加工した後の測定したビアホールの 直径であり、Rbは、ビアホール形成用貫通孔を形成するのに使用した金型の 直径である。

また窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率 (Xs、%) は、下記式により定義される。

$$X s (\%) = (1 - L a / L b) \times 100$$

Laは、焼成収縮率(Xv)を求めるビアホール形成用貫通孔に由来して形成されたビアホールの周囲、即ち、後述するようなビアホール形成用貫通孔の中心から半径5.0m以内の部分に存在する、ダミービアホールや他のビアホールのうち、上記Xvを求めるビアホールの少なくとも一部を挟んで対向する

最も離れた二つのビアホールの中心間距離である。このLaは、窒化アルミニウム焼結体を鏡面加工した後に測定する。なお、ダミービアホールを1つしか形成しなかったり、あるいはダミービアホールや他のビアホールから選ばれるいずれの2つもが、(X v)を求めるビアホールを挟んで対向した位置関係にない場合には、これらの他のビアホールやダミービアホールのうちの最も離れたものの中心と、(X v)を求めるビアホールの中心とを結ぶ延長線上の、前記ビアホールの周囲の外縁付近に当たる位置に、凹部やスルーホールを形成する等してマーキングし、前記中心間距離に相当する距離を求めればよい。

ビアホール形成用貫通孔が孤立性の高いものである場合、すなわち、ビアホール形成用貫通孔の周囲に、他のビアホール形成用貫通孔が密に存在しない場合には、ビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率(Xv)と窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率(Xs)とを調整するために、該孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に、ダミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成する。

ここで、ビアホール形成用貫通孔の周囲とは、窒化アルミニウム成形体において、該貫通孔の中心から半径 5.0 mm以内の部分をいう。貫通孔の中心から半径 5.0 mmを超えた場所に、他のビアホール形成用貫通孔が形成されていても、ビアホール形成用貫通孔の焼結性にはほとんど影響しない。

また、ビアホール形成用貫通孔において、周囲に他のビアホール形成用貫通 孔が密に存在しない状態、即ち、ビアホール形成用貫通孔の孤立性の高い状態 とは、通常、上記貫通孔の周囲に存在する他のビアホール形成用貫通孔の総体 積が、該周囲の体積に対して0.9%以下、さらに範囲を限定すれば0.5% 以下である状態をいう。無論、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔は、その 周囲に、他のビアホール形成用貫通孔が全く存在していなくても良い。

なお、上記周囲の境界線上に跨って存在する他のビアホール形成用貫通孔に

おいては、該周囲内に含まれる部分のみの体積を対象にすればよい。

ビアホール形成用貫通孔の周囲に、上記形成量よりも更に密に他のビアホール形成用貫通孔が形成されるにつれて、焼結後のビアホールの緻密化不足は解消され、またそれにより亀裂発生などの外観不良の問題は解決される。

なお、本発明において、窒化アルミニウム成形体に形成させるビアホール形成用貫通孔のサイズは、特に限定されないが、通常は、直径が $0.03\sim0.5$ mm、好適には、 $0.05\sim0.4$ mmであるのが好ましい。また、貫通孔の長さと直径の比(長さ/直径)は40以下であるのが好ましい。

本発明の最大の特徴は、上記孤立性の高いビアホール形成用貫通孔を有する 窒化アルミニウム成形体を用いて窒化アルミニウム焼結体基板を製造するに際 して、該孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に、焼成後の基板におい て、電気的接続に利用されないダミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成 させる点にある。

このようにダミービアホール形成用貫通孔を形成させることにより、孤立性 の高い状態であったビアホール形成用貫通孔は、その周囲に、ダミービアホール形成用貫通孔と他のビアホール形成用貫通孔とが密に存在したものになる。 その結果、これらの貫通孔に導電ペーストを充填して焼成した窒化アルミニウム焼結体は、ビアホールの緻密化不足が大幅に改善され、前記外観不良の問題 も大きく改善されたものになる。

ここで、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に形成するダミービアホール形成用貫通孔の形成量は、前記孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の中心から半径5.0mmの範囲内において、ダミービアホール形成用貫通孔と他のビアホール形成用貫通孔との合計体積が、上記範囲の体積に対して1~6%、好適には1.2~4%の範囲であるのが好ましい。かかる形成量でダミ

ービアホール形成用貫通孔を形成することにより、特に、ビアホールの緻密化 不足により生じる亀裂発生などの外観不良、ビアホールの位置精度の低下、さ らには、焼結体の反りや変形を良好に抑制することができる。

本発明において、ダミービアホール形成用貫通孔の形成箇所は、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲であれば、特に制限はなく、窒化アルミニウム焼結体に施される半導体回路の電気的接続に影響しない位置に適宜設ければ良い。ビアホール形成用貫通孔の周囲において、偏在しないように設けるのが好ましい。特に、ビアホール形成用貫通孔の周囲を四分割する各半径上には少なくとも、ダミービアホール形成用貫通孔及び他のビアホール形成用貫通孔のどちらかが形成されているのが好ましい。

なお、ダミービアホール形成用貫通孔のサイズ及び貫通孔の長さと直径の比 (長さ/直径)は、前記ビアホール形成用貫通孔のそれと同様の範囲から採択 するのが好ましい。

本発明により製造される窒化アルミニウム焼結体は、これを半導体搭載用基板として用いる際には、方形等の形状をした複数の小チップに切り出されるのが一般的である。その場合、窒化アルミニウム焼結体の外縁や隣接する小チップ間の区画域は、切断などの機械加工により廃棄される。従って、本発明において、上記ダミービアホール形成用貫通孔は、前記孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲内に位置する窒化アルミニウム焼結体の上記廃棄域に形成させるのが好ましい。

窒化アルミニウム成形体がシート形状の場合、上記廃棄域は、シート外縁及び切り出す小チップの区画域として0.3~2mmの幅で形成されるのが一般的である。

このようにして窒化アルミニウム成形体にダミービアホール形成用貫通孔を

形成する方法を、従来における、窒化アルミニウム成形体に対して、ビアホール形成用質通孔を形成した状態を示す図2、及び該図2の窒化アルミニウム成形体に対して、上記本発明に従ってダミービアホール形成用貫通孔を形成した状態を示す図1により具体的に説明する。図2において、窒化アルミニウム成形体1は、焼成されて窒化アルミニウム焼結体とされた後、区画線で示されているように多数の方形状の小チップが切り出されるものである。この窒化アルミニウム成形体1において、各小チップの区画内には、中央に、基板の両面間を電気的に接続するために利用されるビアホール形成用貫通孔2が形成されている。そして、各々のビアホール形成用貫通孔2は、該貫通孔の中心から半径5.0mm以内(点線円内)には、他のビアホール形成用貫通孔は、前記した形成量の範囲内でしか存在しておらず、それぞれ孤立性が高いものである。このような窒化アルミニウム成形体1をそのまま焼成すると、得られる窒化アルミニウム焼結体は、前記したようにビアホールが緻密化不足になり易く、亀裂発生、ビアホールの位置精度の低下の問題が生じ易い。

これに対して、窒化アルミニウム成形体1に本発明の方法に従ってダミービアホール形成用貫通孔を形成させた状態が図1である。ビアホール形成用貫通孔2の周囲には、電気的接続に利用されないダミービアホール形成用貫通孔3が形成されている。その形成量は、前記した値になる量であるのが好適である。また、このダミーのビアホール形成用貫通孔3は、窒化アルミニウム焼結体における廃棄域4に当たる箇所に形成されている。このようにダミービアホール形成用貫通孔を形成させて窒化アルミニウム成形体を焼成することにより、得られる窒化アルミニウム焼結体は、前記問題が大幅に改善されたものになる。

本発明において窒化アルミニウム成形体を構成する窒化アルミニウム粉末は 特に限定されず、公知のものが使用できる。特に、沈降法で測定した平均粒径 が 5μ m以下の粉末が好適であり、 3μ m以下の粉末がさらに好適であり、0. $5 \sim 2 \mu$ mの範囲にある粉末が最も好適である。また、比表面積から算出した平均粒径D 1 と沈降法で測定した平均粒径D 2 とが下記式

0. $2 \mu \text{ m} \le D \ 1 \le 1$. $5 \mu \text{ m}$ $D \ 2 / D \ 1 \le 2$. $6 \ 0$

を満足する窒化アルミニウム粉末は、焼成時における線収縮率を小さくすることができ焼結体の寸法安定性が向上するばかりでなく、導電ペーストの線収縮率に近づくため、窒化アルミニウム焼結体とビアホールに充填される導電層との密着強度を一層高めることができ好適である。

また、上記室化アルミニウム粉末は、酸素含有量が3.0重量%以下、かつ室化アルミニウム組成をAINとするとき含有する陽イオン不純物が0.5重量%以下、特に、酸素含有量が0.4~1.0重量%の範囲であり、そして陽イオン不純物の含有量が0.2重量%以下でありかつ陽イオン不純物のうちFe、Ca、Si及びCの合計含有量が0.17重量%以下である窒化アルミニウム粉末が好適である。このような窒化アルミニウム粉末を用いた場合には、得られる窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率は、大きく向上する。

本発明において使用される焼結助剤は、公知のものが特に制限なく使用される。具体的には、アルカリ土類金属化合物、例えば酸化カルシウムなどの酸化物、イットリウムまたはランタニド元素よりなる化合物、例えば酸化イットリウムなどの酸化物等が好適に使用される。

また、本発明において使用される有機結合剤も公知のものが特に制限なく使用される。具体的には、ポリアクリル酸エステル、ポリメタクリル酸エステル等のアクリル樹脂、メチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ニトロセルロース、セルロースアセテートブチレート等のセルロース系樹脂、ポリビ

ニルブチラール、ポリビニルアルコール、ポリ塩化ビニル等のビニル基含有樹脂、ポリオレフィン等の炭化水素樹脂、ポリエチレンオキサイド等の含酸素樹脂などが一種または二種以上混合して使用される。この中でアクリル樹脂は、脱脂性が良好で、ビアホールに充填される導電層の抵抗が低減できるため、好適に使用される。その他、溶媒、分散剤、可塑剤等、他の成分も公知のものが特に制限なく使用される。

本発明において、窒化アルミニウム成形体を構成する上記各成分の割合は、公知の配合割合が特に制限なく採用される。例えば、窒化アルミニウム粉末100重量部に対して焼結助剤0.01~10重量部、有機結合剤0.1~30重量部が好適である。特に、焼結助剤を2~7重量部の割合で配合することは高熱伝導化に有利である。

また、これら各成分により構成される窒化アルミニウム成形体を作製する方法は特に限定されないが、一般的には、上記成形材料を金型に充填し、いわゆるプレス体として加圧成形、あるいは、ドクターブレード方式によりグリーンシートとして成形される。このグリーンシートは、単独で用いても良いし、複数枚積層して用いても良い。

本発明において、窒化アルミニウム成形体に、ビアホール形成用貫通孔及び ダミービアホール形成用貫通孔を形成する方法は、特に限定されず、一般的に 用いられているパンチング加工、ドリル加工、レーザー加工等が特に限定なく 採用される。

このようにして形成されたビアホール形成用貫通孔及びダミービアホール形 成用貫通孔へ充填する導電ペーストは、高融点金属粉末と有機ビヒクルとが混 合されてペースト化されたものが使用される。

高融点金属粉末は、窒化アルミニウムの焼結温度より高い融点を有するもの

であれば特に制限なく使用される。具体的には、タングステン、モリブデン等の金属が好適に使用される。一般に好適に用いられる高融点金属粉末としては、フィッシャー法で測定した平均粒径が $1\sim2$. $5~\mu$ mであり、最も好適には、平均粒径1. $6\sim2~\mu$ mの範囲のものが、焼成後のビアホールの亀裂発生防止には効果的である。

高融点金属粉末をペースト化するための有機ビヒクル成分は、特に限定されず公知のものが使用できる。一般に、有機ビヒクル成分としては、バインダー、溶媒からなり、更に、可塑剤や分散剤が添加されることがある。該バインダー成分としては、特に限定されず、ポリアクリル酸エステル、ポリメタクリル酸エステル等のアクリル系樹脂、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ニトロセルロース、セルロースアセテートブチレート等のセルロース系樹脂、ポリビニルブチラール、ポリビニルアルコール、ポリ塩化ビニル等のビニル基含有樹脂、ポリオレフィン等の炭化水素樹脂、ポリエチレンオキサイド等の有機結合剤が好適に使用される。

また、溶媒成分も、メタライズ組成物のペースト化用途として広く知られているものが制限なく使用される。特に、フタル酸ージーnーブチル、ジエチレングリコールモノーnーヘキシルエーテル、酢酸2-(2-ブトキシエトキシ)エチル、テルピネオール等の有機溶剤が好適に使用される。

これらの有機ビヒクル成分の配合量は、一般に、高融点金属粉末100重量部に対して、2~9重量部であるのが好ましい。有機ビヒクルの割合が2重量部より少ない場合は、無機物粉末が十分に分散されずペースト状にし難いため、充填性が低下する。また、有機ビヒクルの割合が9重量部より多い場合は、導電ペースト中の無機物濃度が相対的に低くなり、ビアホールの緻密化不足が起こり易くなるため、好ましくない。

また、本発明において、導電ペーストには、窒化アルミニウム粉末が含有されるのが好適である。窒化アルミニウム粉末は、高融点金属の焼結性を向上させ、窒化アルミニウム焼結体への密着性を向上させるのに効果がある。また、導電ペースト中に窒化アルミニウム粉末が存在することにより、窒化アルミニウム部分と導電層部分との収縮率の差が減少し、焼結体の寸法安定性が向上し、本発明の目的がさらに良好に達成される。

ここで、窒化アルミニウム粉末は、公知のものが特に制限なく使用される。特に、前記した窒化アルミニウム成形体において好適に使用される性状の窒化アルミニウム粉末は、高融点金属との焼結性が良く、導電層の密着性を向上させるのに効果がある。窒化アルミニウム粉末の配合量は、一般に、高融点金属粉末100重量部に対して、2~10重量部、より好適には3~7重量部であるのが好ましい。

上記導電ペーストの組成において、窒化アルミニウムの割合が2重量部より少ない場合は、導電層と窒化アルミニウム焼結体との密着強度が低くなったり、窒化アルミニウム焼結体部分と導電層部分の収縮率の差が増加することにより、接合界面に空隙が生じるおそれが高まる。また、窒化アルミニウムの割合が10重量部より多い場合は、導電ペーストの粘度が高くなり充填性が悪化し、その結果、導電層内に発生した空隙により導電層と窒化アルミニウム焼結体との密着強度が低くなったり、導電層表面に窒化アルミニウムによる変色が発生し易くなり、ビアホールの電気抵抗値が上昇するおそれがある。さらに、上記の如く接合界面や導電層内に空隙が生じた場合には、薄膜形成工程において、該空隙内に、ガスまたは液体がトラップされ、その膨張により膜に剥がれが生じたり、焼結体表面に汚れが付着することによる膜の密着強度の低下が生じ易くなる。

これらの原料を混合、分散してペースト状にする方法は特に限定されないが、通常 3本ロールミル等が好適に使用される。到達粘度は、一般的には、25 \mathbb{C} \mathbb{C}

ビアホール形成用貫通孔及びダミービアホール形成用貫通孔に導電ペーストを充填する方法は、印刷法、圧入法等の公知の方法が制限なく採用される。貫通孔の長さと直径の比(長さ/直径)が2.5より大きい場合は、圧入法が好適に使用される。

以上により得られる、ビアホール形成用貫通孔及びダミービアホール形成用 貫通孔に導電ペーストが充填された窒化アルミニウム成形体の焼成は、公知の 方法が特に制限なく採用できる。焼成は、焼成の前に予備焼成として脱脂を行 うのが好ましい。

脱脂方法は、一般的に行われている方法が制限なく採用される。脱脂の雰囲気としては、高融点金属を酸化させるおそれのある大気等の酸化性雰囲気を除けば、特に限定されない。具体的には、窒素、アルゴン、ヘリウム等の不活性ガス雰囲気、水素等の還元性ガス雰囲気、それらの混合ガス雰囲気、それらの加湿ガス雰囲気、真空などが好適に使用される。

また、上記の脱脂温度は、適宜選択されるが通常 $500\sim1200$ ℃、好ましくは、 $700\sim900$ ℃の温度が採用される。また、かかる温度への昇温速度は、特に限定されるものでないが、一般的に10℃/分以下が好ましい。

さらに、脱脂時間は、脱脂後の窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率が、800~3000ppmの範内となる時間を設定すればよい。かかる時間は、成形体の厚み、成形体密度、ビアホールおよびダミービアホールの占める割合、脱脂温度等により多少異なるため、一概に特定することはできないが、一般に1~600分の範囲で決定される。

室化アルミニウム焼結体の緻密化を十分に進めるためには、脱脂後の窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率は、700ppm以下であるのが一般的であるが、高熱伝導度の窒化アルミニウム焼結体を得る目的からは、<math>800~300ppm、好ましくは、1200~2500ppmの範囲となるように脱脂することが必要である。

即ち、残留炭素率が800ppmに満たない場合、窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率を十分に高くできなくなる。また、残留炭素率が3000ppmを超えた場合、高融点金属粉の焼結性が低下し、ビアホールの緻密化が十分に進み難くなるため、亀裂発生、ビアホールの位置精度の低下などの問題が発生し易くなる。また、窒化アルミニウム焼結体部分にクラックが発生したり、窒化アルミニウム焼結体の反りが大きくなり、本発明の目的が充分に達成し難くなる。

本発明において焼成は、公知の方法が特に制限なく採用される。一般には、非酸化性または還元性雰囲気中で焼成する。非酸化性雰囲気としては例えば、窒素、アルゴン、ヘリウム等のガスの単独或いは混合ガスよりなる雰囲気又は真空(又は減圧)雰囲気が使用される。また、還元性ガス雰囲気としては、水素や水素と不活性ガスの混合雰囲気が使われ、充分に乾燥したものを用いるのが好ましい。焼成温度条件は、特に限定されないが、 $1400\sim2000$ であるのが一般的である。昇温速度は $1\sim40$ ℃/minであり、上記から採択される焼成温度での保持時間は、 $1分\sim20$ 時間であるのが一般的である。

前記、窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率が $800\sim3000$ p p mの範囲内に脱脂された窒化アルミニウム成形体(以下、「脱脂体」という)は、高熱伝導度を有する窒化アルミニウム焼結体を得る目的から、 $1200\sim170$ 0 \mathbb{C} 、好ましくは、 $1500\sim1650$ \mathbb{C} の温度で焼成し、次いで $1800\sim1$

1950℃、好ましくは、1820~1900℃の温度で焼成するのが望ましい。一般には、高い残留炭素率を有するように脱脂すると、得られる窒化アルミニウム焼結体は、上記の如く高熱伝導度を有するものになる反面、ビアホールの緻密化不足、亀裂発生などの外観不良の問題が発生し易くなる。しかし、上記のような2段加熱を行うことで、このような問題を解消できる。

こごて、一段目の焼成温度が1200℃に満たない場合、脱脂体に残留させた炭素による窒化アルミニウム中の酸素の還元除去反応が進み難くなり、窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率を充分に高くできなくなる。一方、一段目の焼成温度が1700℃を越えた場合、残留炭素による窒化アルミニウム中の酸素の還元除去反応が十分進行する前に窒化アルミニウムの焼結が進行してしまい、結果的に酸素が窒化アルミウム中に拡散固溶し、窒化アルミニウム焼結体の高熱伝導化が阻害される。

なお、一段目の焼成温度が1500~1650℃の場合、酸素の還元除去反応が特に効果的に進むため、焼結体の熱伝導率を高められて好ましい。また、二段目の焼成温度が1800℃に満たない場合、窒化アルミニウムを十分に焼結することができず、窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率を十分に高くできなくなる。

また、二段目の焼成温度が1950℃を越えた場合、ビアホールと窒化アルミニウム焼結体との密着強度が低下するだけでなく、焼結体の反りや変形などの不具合も発生し易くなる。

上記二段焼成を行う場合において、各焼成温度での保持時間は、特に限定されないが、1段目は30分~10時間、2段目は1分~20時間の範囲に設定するのが好ましい。さらに、1段目および2段目の焼成は、途中で降温せずに1回の焼成で行っても良いし、1段目と2段目の間で降温し、2回の焼成に分

けても良い。ただし、時間およびエネルギー効率を考えると途中で降温せずに 1回の焼成で行う方が好ましい。

本発明を適用するのが最も好適な実施態様は、導電ペーストとして、高融点 金属 100 重量部、窒化アルミニウム粉末 $2\sim10$ 重量部、及び有機ビヒクル $2\sim9$ 重量部からなる組成物を使用し、窒化アルミニウム成形体を、窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率が $800\sim3000$ p p m の範囲になるように 脱脂した後、 $1200\sim1700$ での温度で焼成し、次いで $1800\sim195$ 0 での温度で焼成する方法により実施する場合である。

上記のような2段加熱を採用した同時焼成法によれば、従来法では25℃で170W/m・K程度を有する窒化アルミニウム焼結体基板しか得られていなかったのに対して、190W/m・K以上の高い熱伝導率を有する焼結体基板を製造することが可能である(特開2000−290748号)。しかしながら、その反面、前記したように残留炭素率が特定の高い範囲にあることに起因して、得られる焼結体基板は、ビアホールの緻密化不足による亀裂発生などの外観不良の問題が特に激しく生じるようになる。ところが、このような2段加熱を採用した場合であっても、本発明のように所定要件を充足するようにダミービアホール形成用貫通孔を設けておくと、極めて高い熱伝導率を有しながら、ビアホールの緻密化不足による亀裂発生などの外観不良、ビアホールの位置精度の低下、反りや変形などの不具合などの問題も生じない窒化アルミニウム焼結体を製造することが可能になる。

本発明により得られるビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体は、 通常、表面に薄膜などのメタライズを施して使用される。例えば、表面に薄膜 を形成する場合は、薄膜と焼結体との密着強度を上げるために焼結体表面の研 磨を行うことが好ましい。一般的には、研磨後の窒化アルミニウム焼結体部分 の表面粗さが、R a 1. 0 μ m以下、より好ましくは、R a 0. 1 μ m以下になるように研磨を行うことが望ましい。

また、薄膜を形成する方法は、公知の方法が制限なく使用でき、具体的にはスパッタ法、蒸着法、溶射法、スピンコートやディップ方式を使用したゾルーゲルコーティング法などが好適に使用される。薄膜の材料としては、Ti、Zr、Pd、Pt、Au、Cu、Niなど回路用の一般的な導体金属、TaNなどの抵抗体、また、Pb-Sn、Au-Sn、Au-Geなどの半田、あるいは、窒化アルミニウム薄膜やムライト組成薄膜(複合酸化膜を含む)などを適用することができる。

さらに、形成された薄膜は、所望の形状にパターニングすることができ、メタルマスク法、湿式エッチング法、リフトオフ法、ドライエッチングなど公知の技術が、特に制限なく採用できる。本発明において、ダミービアホール形成用貫通孔を焼結して得られたダミービアホールは、上記薄膜パターンと接触しない箇所に形成されており、相対する二面間の電気的接続には利用されない。

このようにしてメタライズが施された窒化アルミニウム焼結体は、次いで、研削、切断などの機械加工により、廃棄域の除去、小チップへの分割、その他の成形加工等が行われる。その際、ダミービアホールが該廃棄域に形成されている場合、上記加工により基板から除くことができるため好ましい。

発明の効果

以上の説明より理解されるように、本発明によれば、同時焼成法によりビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体を製造する方法において、ビアホール形成用貫通孔に孤立性の高いものがある場合でも、緻密化不足による導電層への亀裂発生などの外観不良、ビアホールの位置精度の低下などの不具合を

良好に抑えることができる。従って、歩留り良く、上記室化アルミニウム焼結 体を得ることができ、その工業的価値は大きい。

本発明によって得られるビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体は、 表面に薄膜メタライズを形成することにより、レーザーダイオードのサブマウントやチップキャリア、およびヒートシンク、ICパッケージなどの電子・半 導体機器部品に好適に利用され得る。

実施例

以下、実施例によって本発明を具体的に例示するが、本発明はこれらの実施 例に限定されるものではない。

尚、実施例、比較例において、各種物性は以下の方法により測定した。

1) 窒化アルミニウム成形体の残留炭素率

非分散型赤外吸収法炭素分析装置(EMIA-110、(株) 堀場製作所製) により分析した。

2) 窒化アルミニウム粉末の平均粒径

比表面積から算出した平均粒径D1は、下記式により算出した。

D1
$$(\mu m) = 6 / (S \times 3. 26)$$

[S:A1N粉末比表面積 (m2/g)]

また、沈降法による平均粒径D2は、(株) 堀場製作所製遠心式粒度分布測定装置CAPA5000で測定した。

- 3) $\lceil (X \mathbf{v}) (X \mathbf{s}) \rfloor$
- 3-1) ビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率(Xv、%)

窒化アルミニウム焼結体に鏡面加工を施した後、ビアホールの直径Raを任意に5箇所計測した平均値を用い、下記式により算出した。

$$Xv$$
 (%) = $(1-Ra/Rb) \times 100$

Raは、窒化アルミニウム焼結体を鏡面加工した後測定した5つのビアホールの平均直径であり、Rbは、ビアホール形成用貫通孔を形成するのに使用した金型の直径である。

3-2) 窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率(Xs、%)

室化アルミニウム成形体の上記(X v)の測定に選定した5つのビアホール 形成用貫通孔について、その中心から半径5.0m以内の部分に存在する他の ビアホール形成用貫通孔やダミービアホール形成用貫通孔のうち、上記ビアホ ール形成用貫通孔の少なくとも一部を挟んで対向する最も離れた位置関係にあ る二つのビアホールの中心間距離を、メジャースコープにて各測定し、その平 均値をLbとして求めた。また、窒化アルミニウム成形体の焼結体について、 鏡面加工を施した後に、上記Lbを求めるのに測定した各ビアホール形成用貫 通孔やダミービアホール形成用貫通孔に由来して形成された二つのビアホール の中心間距離を各測定し、その平均値をLaとして求めた。

このようにして求めたLaとLbを用いて下記式により算出した。

 $X s (\%) = (1-L a/L b) \times 100$

4) ビアホールにおける導電層への亀裂発生率

窒化アルミニウム焼結体に鏡面加工を施した後、金属顕微鏡(\times 400)により観察し、長さが 12.5μ m以上の亀裂が発生しているビアホールの数を計測し、亀裂発生率を算出した。

5) 表面に形成した金属薄膜の耐熱性

室化アルミニウム焼結体に鏡面加工を施した後、 10^{-3} Torrの高真空中にて、該加工面上に、Ti0.06 μ m、Pt0.2 μ m、Au0.6 μ mの順にスパッタを行い金属薄膜を形成し、次いで、大気中450 $\mathbb{C}\times$ 5分間放置した。放置後、窒化アルミニウム焼結体の外観を、目視及び実体顕微鏡(×4

- 0) により観察し、下記の判断基準により評価した。
 - ○:変色及び膨れのいずれもなし

×:変色及び膨れの少なくとも一方が発生

6) ビアホール/金属薄膜間の密着強度

金属薄膜を形成した窒化アルミニウム焼結体上に、ビアホールを覆うように半田プリフォームを置き、Niメッキを施したピンを230℃ホットプレート上にて垂直に半田付けした。ピンは、先端が平坦で、ピン径Φ0.95mm、42ーアロイ製であり、半田は、スズ60質量%、鉛40質量%の組成のものである。これを、東洋精機製作所製ストログラフM2にセットし、ピンを垂直方向に引っ張った際の破壊強度を測定した。引っ張り速度は、10mm/分とした。また、剥離界面の位置(剥離モード)を、試験後のピンおよび焼結体の破壊面を、実体顕微鏡(×40)、金属顕微鏡(×400)およびX線マイクロアナライザーにより観察することにより調べた。

7) ビアホールの電気抵抗

窒化アルミニウム焼結体に鏡面加工を施した後、該焼結体を切断した。さら に該焼結体を小チップへ分割した後、ビアホールの電気抵抗値を測定した。

- 8) 窒化アルミニウム焼結体の反り
 - (株) ミツトヨ製定盤付きマイクロメーターにより測定した。

実施例1

沈降法による平均粒径が 1.50μ mで、比表面積が $2.50m^2/g$ (比表面積から算出された平均粒径が 0.74μ m) で、表1に示す組成

表1 AlN粉末分析値

A l N含有量	97.89	%
元素	含有量	
Са	1 0 5	ppm
Si	6 3	ppm
Fe	1 2	ррm
T i	1 6	ррm
V	0.8	ррm
0	0.80	%
С	0.03	%

の窒化アルミニウム粉100重量部、イットリア5重量部、分散剤としてn-ブチルメタクリレート2重量部、有機結合剤としてポリブチルアクリレート11重量部、可塑剤としてジオクチルフタレート7重量部、トルエン、イソプロピルアルコール混合溶媒50重量部を秤量し、これらをボールミルポットに投入し、ナイロンボールを使用して、十分混合した。こうして得られたスラリーを脱泡装置にかけ、粘度を20000cpsとした後、ドクターブレード方式のシート成形機を用いてポリプロピレンフィルム上にシート状に成形し、厚さ約0.50mmの窒化アルミニウムグリーンシートを作製した。

上記室化アルミニウムグリーンシートを 6.5×6.5 mmに切断した。続いて、この窒化アルミニウムグリーンシートを3 枚積層した。積層圧力は、5.0 k g f / c m 2 、積層温度 8.0 、積層時間は 1.5 分であった。なお、この積層グリーンシートは、窒化アルミニウム焼結体とした際には、図 2 の概略図に示さ

れるように95個の方形状の小チップを切り出すことが予定されたものであった。

次に、この積層グリーンシート65×65mmを、φ0.28mmのパンチング用金型にて、X方向に10.0mmピッチで5個、Y方向に2.5mmピッチで19個打抜きビアホール形成用貫通孔を、前記切り出し予定の各小チップの中央部に形成した。各ビアホール形成用貫通孔において、その中心から半径5.0mmの周囲(点線円内)に存在する他のビアホール形成用貫通孔の総体積は、上記周囲の体積に対して0.4%であった(以下、この値を「ビアホール形成用貫通孔の孤立性」という)。

次に、フィッシャー法測定による平均粒径1.8μmのタングステン粉末100重量部に対して、上記窒化アルミニウム粉末5重量部、有機結合剤としてエチルセルロース1.5重量部、溶媒として酢酸2-(2-ブトキシエトキシ)エチル5.0重量部、その他可塑剤、分散剤を自動乳鉢、続いて3本ロールミルで十分に混練して導電ペーストを製造した。そして、この導電ペーストを、圧入法により積層グリーンシートのビアホール形成用貫通孔及びダミービアホール形成用貫通孔内に充填した。充填圧力は、80psi、充填時間は、31

0秒であった。

このようにして作製した窒化アルミニウム成形体を、乾燥窒素ガスを 25L /分流通させながら 900 ℃で 2 時間加熱脱脂を行った。昇温速度は 2.5 ℃ /分であった。同時に加熱脱脂したテストサンプルの窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率を調べたところ、 1850 p p m であった。脱脂後、前記脱脂体を窒化アルミニウム製の容器に入れ、窒素雰囲気中 1580 ℃で 6 時間加熱し(1 段目焼成)、さらに 1870 ℃で 10 時間加熱し(2 段目焼成)、窒化アルミニウム焼結体を得た。

得られた窒化アルミニウム焼結体の物性を表4に示した。

なお、該窒化アルミニウム焼結体から、前記廃棄域4を切り捨てることにより、ダミービアホールが存在しない小チップを切り出すことができた。

実施例2~5、比較例1~3

実施例1において、ビアホール形成用貫通孔あるいはダミービアホール形成 用貫通孔を打抜く際の直径、ピッチおよび打抜き総数を変更することで、ビア ホール形成用貫通孔の孤立性、及びダミービアホール形成用貫通孔の形成量を、 表2に示すように変更した以外は、実施例1と同様にした。

得られた各窒化アルミニウム焼結体の物性を表4に示した。

実施例6~8

実施例1において、表2に示す導電ペーストにおける窒化アルミニウム粉末 の添加量を変更した以外は、実施例1と同様にした。

得られた各窒化アルミニウム焼結体の各物性を表4に示した。

<u>実施例 9 ~ 1 1</u>

実施例1において、表2及び表3に示す導電ペーストにおける有機ビヒクル の添加量を変更した以外は、実施例1と同様にした。 得られた各窒化アルミニウム焼結体の物性を表4及び表5に示した。

実施例12

実施例1で作製した窒化アルミニウム成形体を、乾燥窒素/水素の混合ガスを30L/分流通させながら900℃、2時間加熱脱脂を行った。昇温速度は2.5℃/分であった。同時に加熱脱脂した窒化アルミニウム成形体中のテストサンプルの残留炭素率を調べたところ、810ppmであった。脱脂後、前記脱脂体を窒化アルミニウム製の容器に入れ、窒素雰囲気中1580℃で6時間加熱し(1段目焼成)、さらに1870℃で10時間加熱し(2段目焼成)、窒化アルミニウム焼結体を得た。

得られた窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

実施例13

実施例1で作製した窒化アルミニウム成形体を、乾燥窒素ガスを37L/分流通させながら900℃、2時間加熱脱脂を行った。昇温速度は2.5℃/分であった。同時に加熱脱脂したテストサンプルの窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率を調べたところ、1300ppmであった。

脱脂後、前記脱脂体を窒化アルミニウム製の容器に入れ、窒素雰囲気中1580℃で6時間加熱し(1段目焼成)、さらに1870℃で10時間加熱し(2段目焼成)、窒化アルミニウム焼結体を得た。

得られた窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

<u>実施例14</u>

実施例1で作製した窒化アルミニウム成形体を、乾燥窒素ガスを30L/分流 通させながら900℃、2時間加熱脱脂を行った。昇温速度は2.5℃/分で あった。同時に加熱脱脂したテストサンプルの窒化アルミニウム成形体中の残 留炭素率を調べたところ、2210ppmであった。脱脂後、前記脱脂体を窒 化アルミニウム製の容器に入れ、窒素雰囲気中1580℃で6時間加熱し(1段目焼成)、さらに1870℃で10時間加熱し(2段目焼成)、窒化アルミニウム焼結体を得た。

得られた窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

実施例15

実施例1で作製した窒化アルミニウム成形体を、乾燥窒素ガスを18L/分流通させながら900℃、2時間加熱脱脂を行った。昇温速度は2.5℃/分であった。同時に加熱脱脂したテストサンプルの窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率を調べたところ、2760 p pmであった。

脱脂後、前記脱脂体を窒化アルミニウム製の容器に入れ、窒素雰囲気中1580℃で6時間加熱し(1段目焼成)、さらに1870℃で10時間加熱し(2段目焼成)、窒化アルミニウム焼結体を得た。

得られた窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

<u>実施例16~18</u>

実施例1において表4に示す1段目の焼成温度を変更した以外は、実施例1 と同様にした。

得られた各窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

<u>実施例19~21</u>

実施例1において表4に示す2段目の焼成温度を変更した以外は、実施例1 と同様にした。

得られた各窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

表 2

·	t*7ホール形成 用貫通孔の 孤立性 (容量%)	ピ 7本-ル貫通孔+ ダミーピ7ホール貫通 孔の形成量 (容量%)	A I N 添加量 (重量部)	有機 ビヒクル切 (重量部)	残留炭素率 (ppm)	焼成温度 (℃) 1段目	焼成温度 (℃) 2段目
実施例1	0.4	2. 7	5. 0	7. 0	1850	1580	1870
比較例1	0. 4	0. 4	5. 0	7. 0	1130	1580	1870
実施例2	0. 4	1. 2	5. 0	7. 0	1320	1580	1870
実施例3	0. 4	5. 9	5. 0	7. 0	2800	1580	1870
実施例4	0. 2	3. 4	5. 0	7. 0	2210	1580	1870
比較例2	0. 2	0. 2	5. 0	7. 0	1050	1580	1870
実施列5	0. 8	4. 0	5. 0	7. 0	2760	1580	1870
比較例3	0. 8	0.8	5. 0	7. 0	1250	1580	1870
実施列6	0. 4	2. 7	2. 5	7. 0	1900	1580	1870
実施例7	0.4	2. 7	6. 5	7. 0	1800	1580	1870
実施例8	0. 4	2. 7	8. 5	7. 0	1700	1580	1870
実施列9	0. 4	2. 7	5. 0	2. 5	1780	1580	1870
実施列10	0. 4	2. 7	5. 0	4. 5	1800	1580	1870

表3

	ピアは一ル形成 用貫通孔の 孤立性 (容数%)	ピアは-N貫通孔+ タミ-ピアは-N貨通 孔の形成量 (容量%)	AIN 添加量 (重量部)	有機 ピヒクル量 (重量部)	残留炭素率 (ppm)	焼成温度 (℃) 1 段目	焼成温度 (℃) 2段目
実施例11	0. 4	2. 7	5. 0	8. 0	1950	1580	1870
実施例12	0. 4	2. 7	5. 0	7. 0	810	1580	1870
実施例13	0. 4	2. 7	5. 0	7. 0	1300	1580	1870
実施例14	0. 4	2. 7	5. 0	7. 0	2210	1580	1870
実施例15	0. 4	2. 7	5. 0	7. 0	2760	1580	1870
実施例16	0. 4	2. 7	5. 0	7. 0	1850	1250	1870
実施例17	0. 4	2. 7	5. 0	7. 0	1850	1500	1870
実施例18	0. 4	2. 7	5. 0	7. 0	1850	1650	1870
実施例19	0. 4	2. 7	5. 0	7. 0	1850	1580	1820
実施例20	0. 4	2. 7	5. 0	7. 0	1850	1580	1900
実施例21	0. 4	2. 7	5. 0	7. 0	1850	1580	1930

表4

	焼結体 の反り (μm)	焼結体の 熱伝導率 (W/mK)	成形体の	ピアオール形成 用貫通孔の 焼成収縮率 (%)	亀 裂 発生率 (%)	ビアホール /金属薄膜間 の密着強度 (kg/皿²)	剥 離 モード	ピアホール の電気抵抗 (ωΩ)	耐熱性
実施例1	49	215	18. 0	21. 0	0	12.6	半田内	1. 0	0
比較例1	10	205	18. 0	11. 2	100	1. 2	ピアノ膜	0. 5	×
実施列2	20	208	17. 9	21. 7	0	12. 5	半田内	0. 5	0
実施例3	6 5	216	18. 1	20. 0	0	11. 4	半田内	1. 9	0
実施列4	43	215	17. 9	20.6	0	11.6	半田内	1. 3	0
比較例2	8	201	18. 1	9. 5	100	1. 0	ピア/膜	0. 4	×
実施列5	61	215	18. 1	20. 2	0	12.4	半田内	1. 8	0
比較例3	13	203	18.0	11. 5	100	2. 4	ピア/膜	0. 6	×
実施列6	48	215	17.8	20.9	0	9. 4	半田内	1. 1	0
実施列7	46	212	17. 9	21.0	0	12. 7	半田内	1. 6	0
実施列8	40	209	18. 0	20. 9	0	13. 0	半田内	2. 2	0
実施例9	42	210	18.0	21. 3	0	12. 1	半田内	2. 3	0
実施例10	44	213	17. 8	21. 2	0	12. 5	半田内	2. 3	0

表 5

	焼結体 の反り (μm)	焼結体の 熱伝導率 (W/mK)	窒化アルミニウム 成形体の 焼成収縮率 (%)	t・アホール形成 用貫通孔の 焼成収縮率 (%)	亀 裂 発生率 (%)	ピアホール /金属薄膜間 の密着強度 (kg/皿²)	剥 離 モード	ビアホール の電気抵抗 (mΩ)	耐熱性
実施列11	45	214	17. 9	20. 9	0	12. 5	半田内	2. 5	0
実施列12	19	198	18. 2	22. 5	0	12. 5	半田内	0. 4	0
実施列13	26	205	17. 9	22. 1	0	13. 7	半田内	0. 5	0
実施例14	38	207	18.0	20. 5	0	12. 4	半田内	1. 3	0
実施例15	72	215	17. 9	20. 3	0	12. 7	半田内	1. 9	0
实施例16	40	212	18. 1	21. 0	0	11. 5	半田内	2. 8	0
実施列17	39	213	18. I	21. 1	0	11.4	半田内	1. 2	0
実施列18	42	210	18. 4	21. 2	. 0	12. 1	半田内	1. 0	0
实施列19	45	212	18. 1	21. 5	0	12. 0	半田内	0. 8	0
実施列20	41	212	17. 8	21. 1	0	12. 5	半田内	1. 2	0
实施例21	46	214	17. 9	21. 1	0	11. 7	半田内	0. 9	0
実施列22	52	215	18. 0	21.4	0	11.8	半田内	0. 8	0

請求の範囲

1. ビアホール形成用貫通孔と電気的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔とを有する窒化アルミニウム成形体を、該ビアホール形成用貫通孔およびダミービアホール形成用貫通孔に導電ペーストを充填した後焼成して、ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体を製造する方法であって、

導電ペースト充填後のビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率 (X v、%)と、 窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率 (X s、%)との差 (X v - X s)が - 1.0~9.5%となるように、窒化アルミニウム成形体に、該ビアホール形成用貫通孔およびダミービアホール形成用貫通孔を設けることを特徴とするビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

2. ビアホール形成用貫通孔と電気的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔とを有する窒化アルミニウム成形体を、該ビアホール形成用貫通孔 およびダミービアホール形成用貫通孔に導電ペーストを充填した後焼成して、 ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体を製造する方法であって、

該ビアホール形成用貫通孔の少なくとも一個が、その周囲に他のビアホール 形成用貫通孔が密に存在しない孤立性の高いものであり、該孤立性の高いビア ホール形成用貫通孔の周囲に、ダミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成 することを特徴とするビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造 方法。

3. 孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の中心から半径 5. 0 mmの範囲内において、

該範囲内に存在する他のビアホール形成用貫通孔の体積の合計体積が、該範囲内の全体積に対して、0.9%以下のものである請求項2記載のビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

4. 孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の中心から半径 5. 0 mmの範囲内において、

ダミービアホール形成用貫通孔および他のビアホール形成用貫通孔の合計体 積が、該範囲内の全体積に対して、1~6%になるように各貫通孔を形成させ る請求項3記載のビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

- 5. ダミービアホール形成用貫通孔の形成箇所が、窒化アルミニウム焼結体 における廃棄域である請求項1~4のいずれかに記載のビアホールが形成され た窒化アルミニウム焼結体の製造方法。
- 6. 焼成後に、窒化アルミニウム焼結体における廃棄域を切断、除去する請求項5に記載のビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。
- 7. 導電ペーストとして、高融点金属100重量部、窒化アルミニウム粉末 $2\sim10$ 重量部、及び有機ビヒクル $2\sim9$ 重量部からなる組成物を使用する請求項 $1\sim6$ のいずれかに記載のビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。
- 8. ビアホール形成用貫通孔およびダミービアホール形成用貫通孔に導電ペーストを充填した窒化アルミニウム成形体を、該窒化アルミニウム成形体中の

残留炭素率が $800\sim3000$ p p m の範囲になるように脱脂した後、 $1200\sim1700$ C の温度で焼成し、次いで $1800\sim1950$ C の温度で焼成することを特徴とする請求項7記載のビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

図 1

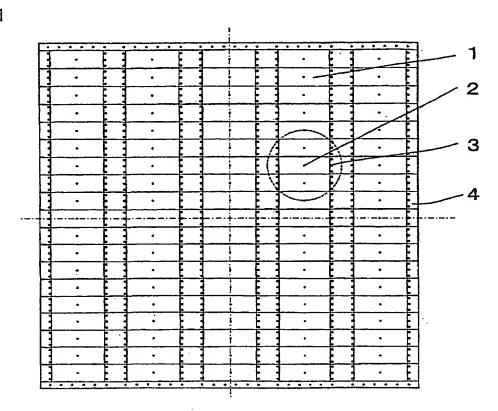
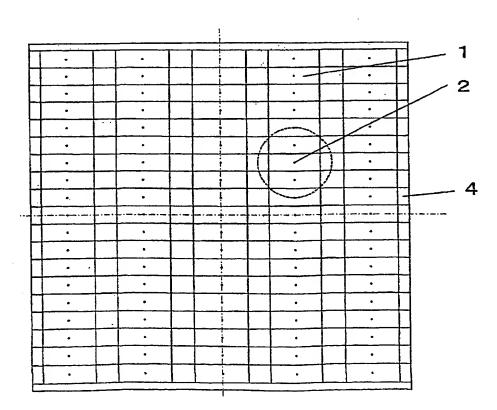


図 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

*

International application No.

PCT/JP01/04617

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁷ C04B35/581, H05K3/40								
According to	According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC							
B. FIELDS	SEARCHED							
	Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl ⁷ C04B35/581~35/582, 35/64, H05K3/40, 3/46, H01L23/12							
Jits Koka	ion searched other than minimum documentation to the uyo Shinan Koho 1926-1996 i Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001	Toroku Jitsuyo Shinan K Jitsuyo Shinan Toroku K	oho 1994-2001 oho 1996-2001					
Electronic d	ata base consulted during the international search (name	e of data base and, where practicable, sear	rch terms used)					
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT							
Category*	Citation of document, with indication, where app	propriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.					
Y	JP, 10-107437, A (Kyocera Corpo 24 April, 1998 (24.04.98), Claim 1; Par. No. [0019] (Fami		1-8					
Y	Y JP, 8-88453, A (Toshiba Corporation), 1-8 02 April, 1996 (02.04.96), Par. Nos. [0018] to [0026] (Family: none)							
A	JP, 11-31881, A (Sumitomo Metal (Sinc.), 02 February, 1999 (02.02.99), Figs. 3, 5 (Family: none)	SMI) Electronics Devices	1-8					
A	A JP, 8-88451, A (Toshiba Corporation), 02 April, 1996 (02.04.96), Par. No. [0004] (Family: none)							
			_					
Furthe	er documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.						
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed								
Date of the actual completion of the international search 18 June, 2001 (18.06.01) Date of mailing of the international search 26 June, 2001 (26.06.01)								
Name and r	nailing address of the ISA/ anese Patent Office	Authorized officer						
Facsimile N	Jo.	Telephone No.						

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP01/04617

								
A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC)) Int.Cl' C04B35/581, H05K3/40								
P 調本よる	B. 調査を行った分野							
***	Jのに分野 最小限資料(国際特許分類(IPC))							
Int. Cl' C C	Int. Cl ⁷ C O 4 B 3 5 / 5 8 1 ~ 3 5 / 5 8 2, 3 5 / 6 4							
1	05K3/40, 3/46							
Н О	01L23/12		·					
	朴の資料で調査を行った分野に含まれるもの							
1	案公報 1926-1996年							
	用新案公報 1971-2001年 用新案公報 1994-2001年							
	案登録公報 1996-2001年							
国際調本ではF		調本に使用した田野)						
四际则且(使)	ロレに駆すり、アーマーハーリーグ・ドーの名が、							
C. 関連する	ると認められる文献							
引用文献の	引用分类女 及45 45 45 45 45 1	・たけ、この関すれて体モのまニ	関連する					
カテゴリー*			請求の範囲の番号					
Y	JP, 10-107437, A(京セラ株式会社)24.		1-8					
	請求項1,【0019】(ファミリーなし	,						
Y	 JP, 8-88453, A (株式会社東芝)2. 4月. 1	996 (02-04-96)	1-8					
	Jr, 0-00455, A (林氏芸社泉と)2.4月.1 【0018】 ~【0026】(ファミリーなし	· ·						
		- ,						
A	JP, 11-31881, A(株式会社住友金属エレ	レクトロデバイス) 2. 2月. 1999	1 – 8					
	(02.02.99), 【図3】,【図5】(フ							
A	JP, 8-88451, A(株式会社東芝) 2.4月.1		1 – 8					
	【0004】(ファミリーなし)							
C欄の続	きにも文献が列挙されている。	□ パテントファミリーに関する別 	紙を参照。					
* 引用文献(カテゴリー	の日の後に公表された文献						
	車のある文献ではなく、一般的技術水準を示す	「T」国際出願日又は優先日後に公表						
1 「F」国際出	頭日前の出願または特許であるが、国際出願日	出願と矛盾するものではなく、§ の理解のために引用するもの	発明の原理又は理論					
	領目的の田顧または行行であるが、国际田顧日 公表されたもの	「X」特に関連のある文献であって、	当該文献のみで発明					
「L」優先権	主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行	の新規性又は進歩性がないと考え	えられるもの					
日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 文献(理由を付す) 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに								
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 よって進歩性がないと考えられるもの								
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 「&」同一パテントファミリー文献								
国際調査を完了した日 国際調査報告の発送日								
国際調査を完了した日 国際調査報告の発送日 26.06.01								
	の名称及びあて先 国特許庁 (ISA/JP)	特許庁審査官(権限のある職員) 三崎 仁	4T 8928					
	郵便番号100-8915		id.					
1	都千代田区霞が関三丁目4番3号	電話番号 03-3581-1101	内線 9/16					